|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 77.040 |
| CCS | H17 |

|  |
| --- |
| YS |

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXXX—XXXX

电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法

Evaluation method for chemical vapor deposition of electronic-grade trichlorosilane

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2023年8月）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部  发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）、全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分技术委员会（SAC/TC203/SC2）提出并归口。

本文件起草单位：青海黄河上游水电开发有限责任公司新能源分公司、

本文件主要起草人：

电子级三氯氢硅的化学气相沉积评价方法

* 1. 范围

本文件规定了用化学气相沉积法制备电子级三氯氢硅的评价样棒，通过检测评价样棒的导电类型、电阻率、碳、施主和受主杂质含量来表征电子级三氯氢硅的质量。

本文件适用于多晶硅生产和硅外延用高纯三氯氢硅的质量评价。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 620 化学试剂 氢氟酸

GB/T 626 化学试剂 硝酸

GB/T 1550 非本征半导体材料导电类型测试方法

GB/T 1551 硅单晶电阻率的测定 直排四探针法和直流两探针法

GB/T 4842 氩

GB/T 11446.1 电子级水

GB/T 14264 半导体材料术语

GB/T 24574 硅单晶中Ⅲ-Ⅴ族杂质的光致发光测试方法

GB/T 24581 硅单晶中Ⅲ-Ⅴ族杂质含量的测定 低温傅立叶变换红外光谱法

GB/T 29057 用区熔拉晶法和光谱分析法评价多晶硅棒的规程

GB/T 35306 硅单晶中碳、氧含量的测定 低温傅里叶变换红外光谱法

* 1. 术语和定义

GB/T 14264界定的术语和定义适用于本文件。

* 1. 方法原理

将三氯氢硅和氢气按一定比例通入CVD评价炉内，在高温下氢气将三氯氢硅还原成单质硅沉积在钽丝上生长成多晶硅棒，多晶硅棒生长至直径约20mm时停止生长，在生长好的多晶硅棒上截取约100mm长样品，取出中心的钽丝，按GB/T 29057拉制成单晶后检测导电类型、电阻率、碳、施主和受主杂质含量，从而表征电子级三氯氢硅的质量。

* 1. 干扰因素

评价炉、电极、钽丝表面以及评价炉放置环境的洁净度会影响评价结果的准确性，应加以控制。

氢气的纯度会影响评价结果的准确性，应有质量控制措施。

* 1. 试剂

硝酸（HNO3)：符合GB/T 626优级纯。

氢氟酸（HF) ：符合GB/T620优级纯。

混合酸腐蚀剂：HNO3：HF通常在4：1到8：1之间。

超纯水：电导率为18.2MΩ。

高纯氩气：符合GB/T 4842优等品。

钽丝：纯度大于99.999%，加工成“门”形，使用前应用混合酸腐蚀剂和去离子水清洗干净。

高纯氢气：纯度不小于99.99999%。

* 1. 设备

CVD炉——由钟罩和还两个电极的底盘，能够安装“门”形钽丝，水、电、气、物料连接管路，独立的控制系统。

切割机

钢丝钳

* 1. 评价棒的生长

将清洗干净的钽丝装入CVD评价炉内，按照气相沉积工艺和CVD评价炉操作规程进行开炉准备。

开炉准备就续后向炉内通入电子级三氯氢硅和氢气，调整好氢气和三氯氢硅比例在钽丝上气相沉积生长多晶硅，等评价样棒生长至直径约20mm时停止生长。

按停炉操作规程逐渐降温停炉，并用氩气对炉内残留的气体进行置换。

达到开启钟罩条件时，打开钟罩取出评价样棒，检查沉积是否致密，如样棒沉积不致密，需调整工艺参数重新进行沉积生长样棒。

* 1. 样品

将生长好“门”形的多晶硅评价棒切成三段，将两端样棒中的钽丝用钢丝钳抽出，再切割样棒长度至不小于100 mm。剩下的一根样棒备用。按照GB/T 29057规定的方法对样品进行清洗、区熔成单晶棒。

* 1. 单晶的制备及检测

按照GB/T 1550规定的方法检测导电类型。

按照GB/T 1551规定的方法检测电阻率。

按照GB/T 24574或GB/T 24581规定的方法检测Ⅲ-Ⅴ族杂质含量。

按照GB/T 35306规定的方法检测碳含量法。

* 1. 精密度

本标准验证样品共计10个，由单个实验室的测试结果相对标准偏差为：磷含量（原子数）相对偏差范围为 4.49%~10.59%；硼含量（原子数）相对偏差范围为4.34%~25.85%； 碳含量（原子数）相对偏差范围为0~5.84%。

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a） 使用的设备；

b） 本文件编号；

c） 样品名称；

d） 试验结果；

e） 操作者；

f） 测试日期；

f） 其他。

